

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 02-259064

(Reference 1)

(43)Date of publication of application : 19.10.1990

(51)Int.Cl.

C23C 14/22

(21)Application number : 01-082701

(71)Applicant : PENTEL KK

(22)Date of filing : 31.03.1989

(72)Inventor : HIROKI HIROSHI

**(54) METHOD FOR REMOVING DEPOSITED FILM IN VACUUM THIN FILM FORMING EQUIPMENT****(57)Abstract:**

**PURPOSE:** To efficiently remove the thin film deposited on the surface of the vacuum thin film forming equipment made of stainless steel by previously forming a coating film of Ni, Cr, iron or their alloy on the surface.

**CONSTITUTION:** A coating film of Ni, Cr and iron or their alloy is previously formed on the surface of the vacuum thin film forming equipment made of stainless steel. After a thin film is formed, the coating film is dissolved, and the thin film deposited on the coating film surface when the film is formed is removed. In addition, although the coating film can be easily formed by wet plating such as electroless plating and electroplating and vacuum physical vapor deposition such as vacuum deposition and sputtering, wet plating is preferably used from the standpoint of ease and cost. When the equipment is dipped in a liq. solubilizer, the solubilizer infiltrates from pinholes or the part free of the depositing film, and the depositing film is efficiently dissolved.

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平2-259064

⑬ Int. Cl.<sup>5</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成2年(1990)10月19日

C 23 C 14/22

8520-4K

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 真空薄膜形成設備の付着膜除去方法

⑯ 特 願 平1-82701

⑰ 出 願 平1(1989)3月31日

⑱ 発 明 者 尋 木 弘 志 埼玉県草加市吉町4-1-8 べんてる株式会社草加工場内

⑲ 出 願 人 べんてる株式会社 東京都中央区日本橋小網町7番2号

明 細 書

1. 発明の名称

真空薄膜形成設備の付着膜除去方法

2. 特許請求の範囲

ステンレスよりなる真空薄膜形成設備の表面にあらかじめニッケル、クロム、鉄のいずれかまたはそれらの合金よりなる被膜を形成しておき、薄膜形成処理を行なった後、前記被膜を溶解することにより、薄膜形成処理により被膜表面に付着した薄膜を除去することを特徴とする真空薄膜形成設備の付着膜除去方法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は、真空薄膜形成設備の表面に付着する薄膜の除去を容易に行うための方法に関するものである。ここで真空薄膜形成設備とは、各種真空薄膜形成装置及び治具のことを指す。

〔従来の技術〕

真空薄膜形成装置には真空蒸着、イオンプレーディング、スパッタリング、CVDなどの装置が

知られている。これらの装置はいずれも真空容器を持ち、真空または低圧条件下で薄膜材料となる物質を蒸気、イオン、あるいは化合物のガスなどの形で供給し、処理対象物の表面に薄膜を形成するものである。これらの装置で薄膜の形成を行う場合、高品質の薄膜を得るため、真空薄膜形成処理を行う前に真空容器の内部が一度高真空になるまで排気する。真空容器及び真空容器内で使用する治具の材質には、蒸気圧が低い、他の物質と反応し難い、耐熱性がある、加工が特に困難ではない、比較的安価にかつ容易に入手できる、等の理由により、ステンレスが主に使われる。

形成する薄膜の材質には、例えばシリコン、カーボン、窒化クロム、チタン、窒化チタンなどが用いられるが、処理対象物に各種の薄膜を形成する際に、処理対象物以外の真空薄膜形成設備の表面、即ち治具の表面や真空容器の内面などにも薄膜が付着する。膜が付着すると表面積が増え、真空薄膜形成設備の真空容器において吸着して放出されるガスが増えるため、真空容器内の真空度の

低下や規定の真空度に達するまでの排気時間の長時間化をもたらし、形成した薄膜の品質の低下や処理時間の長時間化による効率の低下を招く。また、この付着した膜はシャッターや可動性の治具などの機械的動作の障害になったり、剥離して形成した薄膜に付着して、その品質を低下させる場合もある。このため、付着した膜の定期的な除去が重要な作業となっている。

除去の方法としては、

- a) 砥石やサンドペーパーなどで付着した薄膜を擦り落す
- b) 酸などの溶解液により付着した薄膜を溶解する
- c) 真空薄膜形成設備の表面に予めアルミニウム薄膜を形成し、アルカリ溶解に浸漬してアルミニウム薄膜を溶解することにより付着膜を除去する（特公昭63-66901号公報）

等がある。

〔発明が解決しようとする課題〕

- a) の方法では、

- 3 -

等の欠点がある。

本発明は上記従来の方法の欠点に鑑みてなされたものであり、真空薄膜形成設備に付着した薄膜の除去を効率的に行うことができる方法の提供を目的とする。

〔課題を解決するための手段〕

即ち、本発明は、ステンレスよりなる真空薄膜形成設備の表面にあらかじめニッケル、クロム、鉄のいずれかまたはそれらの合金よりなる被膜を形成しておき、薄膜形成処理を行なった後、前記被膜を溶解することにより、薄膜形成処理により被膜表面に付着した薄膜を除去することを特徴とする真空薄膜形成設備の付着膜除去方法を要旨とする。

以下、詳述する。

ニッケル、クロム、鉄のいずれかまたはそれらの合金よりなる被膜は、無電解めっき、電気めっき等の湿式めっき、真空蒸着、スパッタリング等の真空物理蒸着などによって容易に形成できる。被膜形成が容易かつ安価にできるといったことによ

り、多大な作業時間を必要とする。これは、付着膜が密着性がよく、耐摩耗性に優れたものである場合に著しい。

2) 真空薄膜形成設備表面を損傷する。

という欠点がある。

b) の方法では、

1) 付着膜が溶解し難い材質である場合、溶解に長時間を要し、また、非常に溶解しにくい材質の場合（例えばC、SiC、Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>など）、実質的に溶解による除去が不可能である場合がある。

2) 真空薄膜形成設備の表面が、溶解液に長時間浸漬するため、溶解する可能性がある。

c) の方法では、真空薄膜形成設備の表面にアルミニウム薄膜を形成するため、

1) アルミニウムの融点は比較的低い(660℃)ため、アルミニウム薄膜を形成しなかった場合に比べて使用温度が低く制限される。

2) 薄膜のアルミニウムがそれを形成した真空薄膜形成設備の表面に拡散し、真空薄膜形成設備の表面を劣化させる。

- 4 -

り、湿式めっきが好ましい。ここで、金属単体だけではなくその合金をも含めたのは、ニッケルめっきのかわりに使われるニッケル-鉄めっき等の合金でも同様の効果が得られることによる。

こうして形成された被膜は、真空薄膜形成設備を溶解液に浸漬することによって溶解される。前記被膜表面に付着した薄膜に存在するピンホールを通して、または、被膜の表面に薄膜が形成されていない部分から溶解液が浸入し、被膜を溶解する。この時、単に溶解液に浸漬するのではなく、溶解しようとする側を陽極にして電流を流し、電気分解により溶解してもよく、また、この効果を溶解の促進に使用してもよい。

溶解液は、被膜を溶解でき、基材のステンレスを溶解しないかステンレスよりも被膜の材質を優先的に溶解するものであればよい。これらの溶解液は、形成する被膜の成分により、適宜選択し使用するもので、一例を挙げると、ニッケルには硝酸、硫酸+H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>、クロムには塩酸、NaOH+K<sub>2</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>]、鉄には硝酸、硫酸など

- 5 -

- 6 -

が使用できる。

被膜の膜厚は、付着膜を除去する間隔や形成する薄膜の、被膜及び基材のステンレスへの拡散のしやすさ、使用温度などの使用条件によって任意に決定される。たとえば、高温で拡散しやすい材質の膜を形成し、長期間付着膜の除去を行わない場合は厚い膜厚が必要であるし、拡散しにくい材質の膜を形成し、一回処理する毎に付着膜の除去を行うような場合は、膜厚が特に厚い必要はない。また、被膜の膜厚が厚い方が薄膜が付着していない部分からの溶解がしやすい。ただし、ある程度以上厚くなると、厚さを厚くしても効果はあまり変わることがない。このため、数千Å～数十μm程度の範囲で使用条件に応じて膜厚を選ぶのが適当と考えられる。

#### 〔作用〕

真空薄膜形成設備に予めニッケル、クロム、鉄のいずれかまたはそれらの合金よりなる被膜を形成することにより、薄膜形成を行うときに付着する薄膜は、真空薄膜形成設備の基材ではなく、

この被膜に付着する。このため、被膜を溶解して除去すれば、付着した薄膜を容易に除去することができる。

薄膜にはピンホールが存在するので、薄膜を除去しようとする真空薄膜形成設備を被膜を溶解できる溶解液に浸漬すると、薄膜に存在するピンホールを通して、または、被膜の表面に薄膜が形成されていない部分から溶解液が侵入し、被膜を溶解することができる。

このとき、被膜が溶解し易い材質であるため、溶解に要する時間が短く、基材のステンレスよりも被膜が優先的に溶解されるため、基材のステンレスの溶解は少ない。

被膜の材質は、基材のステンレスと同等若しくはそれ以上の温度でも真空容器内で使用することができ、溶融することがなく、ステンレスの成分であるので、基材のステンレスに拡散しないか若しくは拡散しても悪影響がない。

#### 〔実施例〕

以下、本発明を実施例に基づき更に詳細に説明

- 7 -

する。

#### 実施例 1

直径約 7 cm の円板状のステンレス製のサンプルホルダーにあらかじめニッケル膜を電気めっきにより膜厚 3 μm 形成し、パイプ状のサンプルを被処理物として、サンプルホルダー上に置き、300℃に加熱してスパッタ法により窒化クロム膜形成処理を行った後、このサンプルホルダーを硝酸に 3 時間浸漬した。

#### 実施例 2

直径約 7 cm の円板状のステンレス製のサンプルホルダーにあらかじめクロム膜を膜厚 1 μm スパッタ法により形成し、パイプ状のサンプルを被処理物として、サンプルホルダー上に置き、スパッタ法によりアルミナ膜形成処理を行った後、このサンプルホルダーを 2 時間塩酸に浸漬した。

#### 実施例 3

直径約 7 cm の円板状のステンレス製のサンプルホルダーにあらかじめ鉄の膜を膜厚 10 μm 電気めっきにより形成し、パイプ状のサンプルを被処

- 8 -

理物として、サンプルホルダー上に置き、500℃に加熱してスパッタ法により炭化チタン膜形成処理を行った後、このサンプルホルダーを 4 時間硫酸に浸漬した。

#### 実施例 4

直径約 7 cm の円板状のステンレス製のサンプルホルダーにあらかじめクロム膜を電気めっきにより膜厚 4 μm 形成し、パイプ状のサンプルを被処理物として、サンプルホルダー上に置き、300℃に加熱してスパッタ法により窒化クロム膜形成処理を行った後、このサンプルホルダーを無水酢酸ナトリウム+水酸化ナトリウムの溶液に浸漬し、陽極酸化により、ホルダー側を陽極にして、電流を 2 時間流し、クロム膜を溶解した。

#### 比較例 1

直径約 7 cm の円板状のステンレス製のサンプルホルダーを使用して、パイプ状のサンプルを被処理物として、サンプルホルダー上に置き、300℃に加熱してスパッタ法により窒化クロム膜形成処理を行った後、このサンプルホルダーの付着膜を

- 9 -

- 10 -

ベルトサンダーやサンドペーパーを用いて擦り落そうとした。

#### 比較例 2

直径約 7 cm の円板状のステンレス製のサンプルホルダーを使用して、パイプ状のサンプルを被処理物として、サンプルホルダー上に置き、300℃ に加熱してスパッタ法により窒化クロム膜形成処理を行った後、このサンプルホルダーを塩酸、硫酸、硝酸に 120 時間浸漬した。

#### 比較例 3

直径 7 cm の円板状のステンレス製のサンプルホルダーを使用して、パイプ状のサンプルを被処理物として、サンプルホルダー上に置き、300℃ に加熱してスパッタ法により窒化クロム膜形成処理を行った後、このサンプルホルダーを弗硝酸に浸漬した。

#### 比較例 4

直径約 7 cm の円板状のステンレス製のサンプルホルダーあらかじめアルミニウム膜をスパッタ法により膜厚 4  $\mu$ m 形成し、パイプ状のサンプルを

被処理物として、サンプルホルダー上に置き、300℃ に加熱してスパッタ法により窒化クロム膜形成処理を行った。

#### 〔発明の効果〕

実施例 1, 2, 3, 4 では、何れも付着膜の除去を容易に行なえ、ホルダーにも異常はなかった。比較例 1 は、窒化クロム膜が耐摩耗性に優れているため、サンプルホルダーに約 20  $\mu$ m 付着した膜を除去するのに 8 時間を要し、ホルダーにも傷がついた。比較例 2 は、窒化クロムはほとんど溶解しなかった。比較例 3 は、窒化クロムは溶解したが、それと共にホルダーも溶解した。比較例 4 は、アルミニウム膜が溶解し、ホルダーとサンプルの一部を熔接したようになった。

以上より、本発明によれば、使用温度の新たな制約を受けることなく、真空蒸膜形成設備の表面を傷つけることなく、容易に付着する蒸膜の除去を行うことができ、付着膜を除去する作業の効率化を図ることができる。